

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-4807

⑤Int.Cl.⁴
B 01 D 13/00
3/00識別記号 庁内整理番号
N-8014-4D

④公開 昭和63年(1988)1月9日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

④発明の名称 溶剤精製回収方法

①特 願 昭61-148098

②出 願 昭61(1986)6月26日

⑦発明者 松本 曠世 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目1番1号 三菱重工業株式会社高砂研究所内
⑦発明者 栄 藤 徹 兵庫県神戸市兵庫区和田崎町1丁目1番1号 三菱重工業株式会社神戸造船所内
①出願人 三菱重工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号
⑦復代理人 弁理士 内田 明 外2名

明 細 書

1 発明の名称

溶剤精製回収方法

2 特許請求の範囲

腐溶剤をパーペーバレーション膜モジュールにより共沸点以上に濃縮後、蒸留法で更に濃縮することを特徴とする溶剤精製回収方法。

3 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は溶剤精製回収方法に関する。

〔従来の技術〕

従来、腐溶剤からの溶剤回収は蒸留法によつて行なわれており、共沸混合物を有する系においては共沸蒸留が行なわれている。この従来行なわれている蒸留法を第2図、第3図に示すが蒸留は、液と蒸気の成分濃度の差を利用して分離精製を行う方法である。

水と共沸混合物を作らない溶剤の水溶液については第2図に示す処理フローで溶剤の完全脱水が可能である。溶剤水溶液(以下原液という)

1は、脱水蒸留塔5の中段にフィードされリボイラ4にボイラ蒸気2が投入されて塔底より加熱される。溶剤成分は通常水よりも揮発度が高いため、蒸留塔5の上段へ行くに従つて溶剤成分が濃縮されていく。塔頂より出た溶剤蒸気は、コンデンサ6で凝縮され、一部は蒸留塔5へリターン(還流という)されて塔底より上昇する蒸気と気液接触することによつて精度の良い分離が可能となる。完全脱水された精製溶剤9は再利用先へ送られ、塔底からは溶剤成分をほとんど含まない排水8が排出される。なお、第2図中、3は蒸気ドレン、7は冷却水である。

又、水と共沸混合物を作る溶剤の水溶液から完全脱水した溶剤を回収するためには、第3図に示すように2ステップで蒸留処理を行う必要がある。脱水蒸留塔15で処理することによつて共沸組成近くまで溶剤を濃縮し、その後、この濃縮溶剤19を共沸蒸留塔23へ送り、エントレナー30(共沸剤)を添加することによつて水の揮発度を高めて塔頂より水の混合物が留

出する共沸蒸留を行う。塔頂より出てきた混合溶剤蒸気はコンデンサ24で凝縮冷却された後、デカンタ26で比重分離され、エントレーナ30を含む分離溶剤27は塔頂にリターン（還流）され、分離水28は多少溶剤成分が溶解しているため、脱水蒸留塔15のフィードライン（※で示す）にリターンされて溶剤成分が回収される。

水成分は排水18に含まれて排出される。原液11に含まれる溶剤は完全脱水され、精製溶剤29として回収される。

エントレーナ30は第3図のフロー内からほとんど系外に排出されないため微量補給するのみで安定した運転が可能である。なお、第3図中12, 20はボイラ蒸気、13, 21は蒸気ドレン、14, 22はリボイラ、16はコンデンサ、17, 25は冷却水、18は排水を示している。

〔発明が解決しようとする問題点〕

(1) 蒸留法は多量のエネルギーを要し、省エネ

ルギー性に乏しい。

(2) 共沸点を有する系（例えばエタノール-水系、イソプロパノール-水系等）では共沸蒸留を行う必要があり、操作および装置の複雑化をまねている。

本発明は比較的簡単な装置で実施ができ、かつ省エネルギー的な溶剤精製回収方法を提供しようとするものである。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、共沸点を有する溶剤-水系からの溶剤の回収において、パーペーバレーション法と蒸留法を組合せることにより、共沸蒸留を行うことなく溶剤の回収を可能にした点を新規とするものである。

すなわち本発明は腐溶剤をパーペーバレーション膜モジュールにより共沸点以上に濃縮後、蒸留法で更に濃縮することを特徴とする溶剤精製回収方法である。

本発明法の特徴は従来法（蒸留法）に比べて省エネルギー性が高く、又、共沸蒸留が不用な

ことより、処理設備が縮小され、建設費が低減/されることである。

〔作用〕

パーペーバレーション法では蒸留法のような共沸点がない故、共沸組成の部分パーペーバレーション法で処理することにより、従来行っていた共沸蒸留を回避することができる。

〔実施例〕

第1図に示すように、原液（例えばイソプロパノール-水）101は、パーペーバレーション膜モジュール102に供給される。パーペーバレーション膜モジュール102は疎水性の膜（例えばシリコンゴム等）よりなり、膜を透過した透過物104（イソプロパノール濃縮物）は膜面で蒸発し、真空ポンプ105により、蒸留塔106に供給される。

なお、パーペーバレーション膜モジュール102では、溶剤は共沸点以上（イソプロパノールの場合68.5wt%以上）に濃縮後蒸留塔106に送る。このようにすることにより共沸

蒸留を避けることができる。

蒸留塔106の塔頂からの留出物107は、凝縮器109で凝縮される。留出液111は、共沸組成に近い水分リッチな溶剤（イソプロパノール）であり、再度パーペーバレーション膜モジュール102に供給され再処理される。

一方、パーペーバレーション膜モジュール102のブライン103（水がリッチ）も留出液111と同様に再処理される。

なお、蒸留塔106の塔底からは、銜出液108が出るが、これはほとんど水分が含まれず精製溶剤として回収される。

第1図のフローに従い、パーペーバレーション膜（シリコンゴム膜）モジュール102前後の条件を第1表のようにして操作し、真空ポンプ105の吸込圧力を1mmHg以下、吐出圧力を1気圧に設定し、前記モジュール102の透過物を第2表のような条件下の蒸留塔106によつて蒸留し、それぞれの表に示した結果を得た。

第 1 表

		*1) 原 液	*2) プライン	*3) 透過物
合 計 流 量		500 kg/H	397 kg/H	103 kg/H
成 分	イソプロピ ルアルコール	200 kg/H	107 kg/H	93 kg/H
	水	300 kg/H	290 kg/H	10 kg/H
温 度		25℃	25℃	常 温
圧 力		1気圧	1気圧	~1mmHg

*1) 第1図の101 *2) 第1図の103

*3) 第1図の104

第 2 表

		*1) 透過物	*2) 留出物	*3) 缶出液
合 計 流 量		103 kg/H	80 kg/H	23 kg/H
成 分	イソプロピ ルアルコール	93	70	23
	水	10	10	trace
温 度		常 温	80℃	85℃
圧 力		1気圧	1気圧	1気圧

*1) 第1図の104 *2) 第1図の107

*3) 第1図の108

この結果、従来法と本発明の方法で溶剤-水

系（共沸混合物）を処理した場合のコストの概略比較を次表のようになる。

コスト		イニシャルコスト	ランニングコスト
方 法	従 来 法	100	100
	本発明の方法（パーペー レーション法+蒸留法）	50	35

〔発明の効果〕

溶剤の精製に本発明の方法（パーペーレーション法+蒸留法）を使用することにより従来法に比べランニングコストを $\frac{1}{3}$ にイニシャルコストを $\frac{1}{2}$ にすることが可能。

4. 図面の簡単な説明

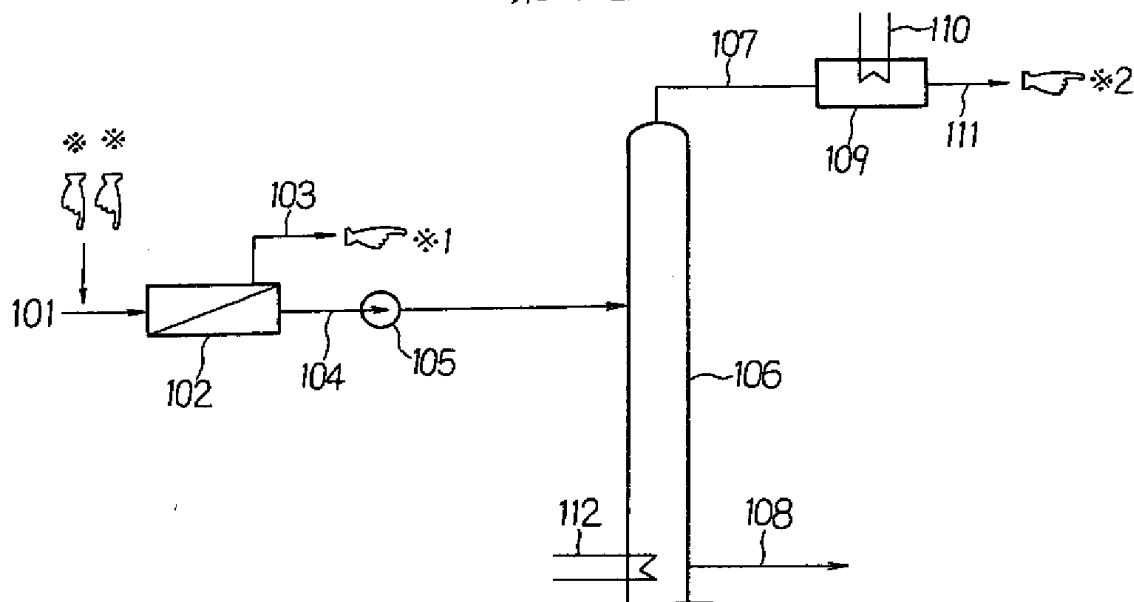
第1図は本発明の一実施例としての溶剤精製方法のフロー図、第2図及び第3図は従来例を示す蒸留法の処理フロー図である。

復代理人 内 田 明

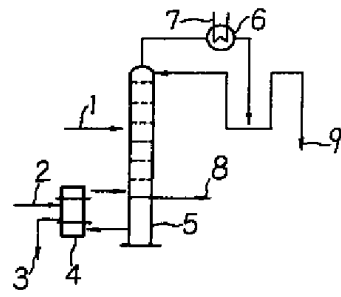
復代理人 萩 原 亮 一

復代理人 安 西 篤 夫

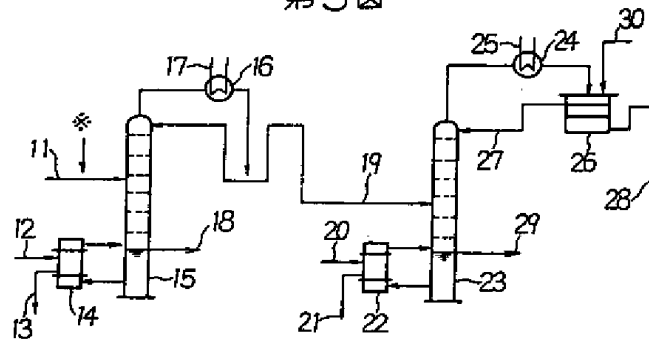
第 1 図



第2図



第3図



PAT-NO: JP363004807A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63004807 A
TITLE: METHOD FOR PURIFYING AND
RECOVERING SOLVENT
PUBN-DATE: January 9, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
-------------	----------------

MATSUMOTO, HIROYO	
-------------------	--

EITO, TORU	
------------	--

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
-------------	----------------

MITSUBISHI HEAVY IND LTD	N/A
--------------------------	-----

APPL-NO: JP61148098
APPL-DATE: June 26, 1986

INT-CL (IPC): B01D013/00 , B01D003/00

US-CL-CURRENT: 203/39

ABSTRACT:

PURPOSE: To recover a solvent from a solvent-water system having an azeotropic point without carrying out azeotropic distillation by concentrating waste solvent by a pervaporation membrane module to a temp. above the azeotropic point, and then concentrating the solvent by

distillation.

CONSTITUTION: The raw soln. 101 such as an isopropanol-water mixture is supplied to a pervaporation membrane module 102 consisting of a hydrophobic membrane of silicone rubber, etc., and permeated through the membrane. The permeated material 104 such as the concentrate of isopropanol concentrated to a temp. above the azeotropic point is sent to a distillation tower 106 by a vacuum pump 105. The distillate 107 from the top of the distillation tower 106 is condensed in a condenser 109, and the liq. bottoms 111 which are a solvent enriched in water and having a composition close to the azeotropic composition is again sent to the membrane module 102 and reprocessed. The brine 103 enriched in water from the membrane module 102 is also reprocessed. The liq. bottoms 108 from the bottom of the distillation tower 106 are almost freed of water, and recovered as a purified solvent.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio